

# PRODUCTION OF RESIN COMPOSITION FOR TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE AND TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE

**Publication number:** JP9034162

**Publication date:** 1997-02-07

**Inventor:** ONO HITOSHI; TAKAHASHI NORIAKI; YANAGIHORI  
AKIHIKO

**Applicant:** MITSUBISHI CHEM CORP

**Classification:**

**- international:** **G03G9/087; G03G9/08; G03G9/087; G03G9/08; (IPC1-  
7): G03G9/08; G03G9/087**

**- European:**

**Application number:** JP19950185456 19950721

**Priority number(s):** JP19950185456 19950721

**Report a data error here**

## Abstract of JP9034162

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To improve fixability, anti-offsetting property and blocking resistance by carrying out production through a process for dissolving or dispersing a resin binder and a lubricant in an org. solvent. **SOLUTION:** A resin binder and one or more kinds of lubricants each having 50-130 deg.C m.p. selected from among fatty acid amide, aliphatic ketone and fatty acid ester are dissolved or dispersed in an org. solvent and then the solvent is separated. The resin binder is, e.g. polyester resin, epoxy resin, phenoxy resin, silicone resin, styrenic resin, polyamide resin, urethane resin or acrylic resin. It is preferably styrenic resin and is especially preferably a styrene homopolymer, a styrene-(meth)acrylic ester copolymer or a mixture of them. The resultant resin compsn. is kneaded with a colorant, cooled, pulverized and classified to produce the objective toner.

.....  
Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

Partial Translation of JP Hei9-34162

Publication Date: February 7, 1997

Application No.: Hei7-185456

Filing Date: July 21, 1995

Applicant: Mitsubishi Chemical Corporation

Inventor: Hitoshi ONO

Inventor: Noriaki TAKAHASHI

Inventor: Akihiko YANAGIHORI

[Claims]

[Claim 1]

A method for producing resin composition for a toner for developing electrostatic charge image, comprising: dissolving or dispersing a resin binder and one or more kinds of lubricants having m.p. 50 to 130 °C selected from a group of fatty acid amide, aliphatic ketone, and fatty acid ester, in an organic solvent and thereafter; separating the solvent.

[0022]

[Example]

Hereinafter, some specific examples of the present invention will be described, however the invention is not limited to such specific examples. Furthermore, "parts" in the examples means "parts by weight".

Example 1

After mixing and dissolving 100 parts of non-crosslinking type

styrene/n-butyl acrylate resin, 5 parts of stearic acid amide (m.p. 109 °C), and 1000 parts of tetrahydrofuran, the mixture was added dropwise to 5000 parts of water. Water and tetrahydrofuran were removed by vacuum drying of the precipitated polymer at 50 °C. After dispersing and mixing 100 parts of resin composition obtained by the above procedure, 3 parts of polyalkylene wax (manufactured by Sanyo Chemical Industries, Ltd., VISCOL 550P), 6 parts of carbon black (manufactured by Mitsubishi Chemical Corporation, # 30), and 2 parts of nigrosine dye (manufactured by Orient Chemical Industries, Ltd., BONTRON N-04), the mixture was melted and kneaded using a twin screw extruder. After cooling, the resulting mixture was crushed roughly by a hammer mill, and then powdered finely by a supersonic jet mill powdering machine. The obtained powder was classified by an air classifier to obtain a toner A having 10.3 µm average particle diameter. Following tests were performed using the toner and the results were shown in Table 1.

Fixing test: Lower limit temperature for fixing and temperature causing hot offset were examined when an unfixed toner was fixed to a paper by a fixing roller of 400 mm/sec.

Blocking resistance test: A predetermined load was applied to a toner, and after leaving the toner under an environment of 50 °C for 5 hours, the blocking performance was judged to see whether is good or bad.

[0023]

#### Example 2

Except for using 5 parts of behenyl behenate (m.p. 76 °C) in place of

stearic acid amide, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1. The results were shown in Table 1.

#### Example 3

Except for using 5 parts of UNISTER H476 (fatty acid partial esters of neopentyl polyol) (m.p. 63 °C) manufactured by NOF CORPORATION in place of stearic acid amide, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

[0024]

#### Example 4

Except for using UNISTER M-2222SL (monovalent long chain fatty acid esters) (m.p. 76 °C) manufactured by NOF CORPORATION in place of stearic acid amide, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

#### Example 5

After dissolving 100 parts of noncrosslinking type styrene/n-butyl acrylate resin and 5 parts of behenyl behenate in 1000 parts of ethyl acetate, ethyl acetate was removed under reduced pressure. Using 100 parts of roughly crushed resin composition obtained above, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

[0025]

#### Example 6

After dissolving 50 parts of styrene, 140 parts of xylene, and 2.5 g of benzoyl peroxide homogeneously, the mixture was heated at 80 °C for 3 hours to obtain a polymer solution having a weight average molecular weight of 7000. To the solution 16.7 parts of polystyrene having a weight average molecular weight of 500000 and 3 parts of behenyl behenate were added, after dissolving the mixture, xylene and the like were removed by heating to 190 °C. Using 100 parts of roughly crushed resin composition obtained above, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

[0026] Comparative example 1

Except without adding stearic acid amide, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

Comparative example 2

After dispersing and mixing 100 parts of noncrosslinking type styrene/n-butyl acrylate resin, 5 parts of UNISTER H476, 3 parts of polyalkylene wax (manufactured by Sanyo Chemical Industries, Ltd., VISCOL 550P), 6 parts of carbon black (manufactured by Mitsubishi Chemical Corporation, # 30), and 2 parts of nigrosine dye (manufactured by Orient Chemical Industries, Ltd., BONTRON N-04), the mixture was melted and kneaded by using a twin screw extruder. After cooling, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

[0027]

#### Example 7

Except for using 5 parts of distearyl ketone (m.p. 88 °C) in place of stearic acid amide, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

#### Example 8

Except for using 5 parts of distearyl sebacate (m.p. 71 °C) in place of stearic acid amide, a toner was produced and evaluated in the same manner as the example 1.

[0028]  
[Table 1]

	Lubricant	Half value width of endothermic peak	Method for addition of lubricant	Fixability		Blocking resistance
				Lower limit temperature for fixing	Temperature causing hot offset	
Example 1	Stearic acid amide	6	Dissolving, precipitated by water, drying	145°C	Not lower than 220 °C	○
Example 2	Behenyl behenate	7	The same as the above	140°C	The same as the above	○
Example 3	UNISTER H476	7	The same as the above	145°C	The same as the above	○
Example 4	UNISTER M-2222SL	7	The same as the above	140°C	The same as the above	○
Example 5	Behenyl behenate	7	Dissolving, removing a solvent	140°C	The same as the above	○
Example 6	The same as the above	7	Dissolving in a solvent while synthesis	140°C	The same as the above	○
Comparative example 1	None	.	.	160°C	The same as the above	○
Comparative example 2	UNISTER H476	7	Adding while kneading	150°C	The same as the above	×
Example 7	Distearyl ketone	6	Dissolving, precipitated by water, drying	140°C	The same as the above	○
Example 8	Distearyl sebacate	6	The same as the above	140°C	The same as the above	○

Evaluation standards for blocking resistance are shown below.

○ ... No aggregation was observed.

× ... Aggregation was observed.

[0029]

[Effect of the Invention]

According to the present invention described above, a toner having excellent fixability, offsetting resistance, and blocking resistance can be obtained.



D11

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-34162

(43) 公開日 平成9年(1997)2月7日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G	9/08		G 0 3 G	9/08
	9/087			3 6 5
				3 2 1
				3 8 1
				3 8 4

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平7-185456	(71) 出願人	000005968 三菱化学株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
(22) 出願日	平成7年(1995)7月21日	(72) 発明者	小野 均 神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内
		(72) 発明者	高橋 徳明 神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内
		(72) 発明者	柳堀 昭彦 神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内
		(74) 代理人	弁理士 長谷川 曉司

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法および静電荷像現像用トナー

(57) 【要約】

【構成】 バインダー樹脂、並びに、脂肪酸アミド、脂肪族ケトン、および脂肪酸エステルからなる群より選択される1種以上の、融点50～130℃の滑剤を有機溶媒中に溶解または分散させた後、該有機溶媒を分離することを特徴とする静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法。

【効果】 定着性と耐ブロッキング性に優れたトナーが得られる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 バインダー樹脂、並びに、脂肪酸アミド、脂肪酸ケトン、および脂肪酸エステルからなる群より選択される 1 種以上の、融点 50～130℃の滑剤を有機溶媒中に溶解または分散させた後、該有機溶媒を分離することを特徴とする静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法。

【請求項 2】 モノマー溶液に、脂肪酸アミド、脂肪酸ケトン、および脂肪酸エステルからなる群より選択される 1 種以上の、融点 50～130℃の滑剤を溶解または分散させた後、モノマーを重合させることを特徴とする静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法。

【請求項 3】 樹脂組成物がスチレン系樹脂および滑剤を主成分として含有することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法。

【請求項 4】 少なくとも、請求項 1 乃至 3 に記載の製造方法で得られる静電荷像現像用トナー用樹脂組成物および着色剤を混練した後、冷却、粉碎、分級することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 5】 請求項 1 乃至 3 に記載の製造方法で得られる静電荷像現像用トナー用樹脂組成物および着色剤を含有することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、静電荷像現像用トナーおよびその製造方法に関する。更に詳しくは、特定の滑剤を用い、特定の方法でバインダー樹脂と混合した定着性（低温定着性、定着強度）、耐オフセット性、耐ブロッキング性に優れる静電荷像現像用トナーおよびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 静電荷像現像用トナーは、速やかに定着し、そしてトナーが定着ローラー表面に転移して、以後定着工程を通過する転写材をローラー上のトナーによって汚す、所謂オフセット現象を発生しないことが必要である。さらに、トナーは保存時あるいは運搬時等にブロッキングするような事があってはならない。このようなトナーは、流動性、帯電性等が著しく劣化しており、もはや現像剤としての機能を果たすことが出来ない。そこで、トナー成分を混練後、粉碎・分級して得られるトナーは、現像器内の攪拌による機械的衝撃に対して微粉を発生することなく、またトナー自体が凝集することなく良好な流動性を示すことが必要であり、また定着時には低温で速やかに溶解すること、そして溶解時に溶解トナーが凝集性を示すことが必要である。しかし、これらの性能を全て満足するバインダー樹脂を設計することは困難であり、特に定着性と耐オフセット性・耐ブロッキング性は相反する性能である為、両者の性能を両立させることは難しい。トナーのこれら性能は使用されるバイン

ダー樹脂の性状に依存するところが大きく、バインダー樹脂に関する種々の提案がなされているが、未だ十分ではない。

【0003】 相反する上記性質の両立をバインダー樹脂の組成、分子量分布などの設計のみで、達成させることは難しく、従来からワックス、滑剤、その他の添加物を加えることが提案されている。しかしながら、これらを単に混練する従来の方法では、定着性とブロッキング性を両立させることはできなかった。

10 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記問題点を解決して、定着性（低温定着性、定着強度）、耐オフセット性、耐ブロッキング性に優れたトナーおよびその製造方法を提供することを目的とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明の要旨は、バインダー樹脂、並びに、脂肪酸アミド、脂肪酸ケトン、および脂肪酸エステルからなる群より選択される 1 種以上の、融点 50～130℃の滑剤を有機溶媒中に溶解または分散させた後、該有機溶媒を分離することを特徴とする静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法、モノマー溶液に脂肪酸アミド、脂肪酸ケトン、および脂肪酸エステルからなる群より選択される 1 種以上の、融点 50～130℃の滑剤を溶解または分散させた後、モノマーを重合させることを特徴とする静電荷像現像用トナー用樹脂組成物の製造方法、並びに、上記のいずれかの製造方法で得られる静電荷像現像用トナー用樹脂組成物および着色剤を含有することを特徴とする静電荷像現像用トナーに存する。

20 【0006】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明に用いられるバインダー樹脂は、特に制限はなく、公知のバインダー樹脂が使用できる。例えば、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、シリコン樹脂、スチレン系樹脂、ポリアミド樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂等が挙げられる。好ましくは、スチレン系樹脂（スチレンまたはスチレン誘導体をモノマー単位として、好ましくは 30 重量%以上含むもの）である。特に好ましくは、スチレンの単独重合体またはスチレンと（メタ）アクリル酸エステルとの共重合体またはこれらの混合物である。

30 【0007】 上記バインダー樹脂の分子量分布は、ブロードであったり、ピークが 2 つ以上ある分布が好ましい。特に好ましくは、分子量分布が分子量  $10^4$  以下と分子量  $10^5$  以上にそれぞれ 1 つ以上のピークを有する樹脂である。本発明に用いられる滑剤のうち脂肪酸アミドとしては、特に限定はないが例えばラウリン酸アミド、ミリスチン酸アミド、パルミチン酸アミド、ステアリン酸アミド、アラキジン酸アミド、ベヘン酸アミド、オレイン酸アミド、エイコ酸アミド、エルシン酸アミド、エライジン酸アミド、リノール酸アミド、リノレイ

3

ン酸アミド、リジノール酸アミド、メチレンビスアミド等が挙げられる。特に好適には1価飽和脂肪酸アミドである。1価、多価にかかわらず炭素数は5~30、中でも特に10~25が好ましい。また、脂肪酸エステルの酸成分である脂肪酸類としては脂肪族カルボン酸類が好ましく、1価のものとしては一般式(I)で表されるものが挙げられる。

【0008】

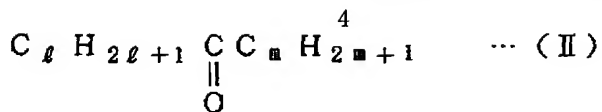
【化1】  $C_n H_{2n+1} COOH \quad \dots (I)$ 

【0009】(式中nは1~30の整数を示す) また、脂肪族の多価カルボン酸類も好ましい。アルコール成分としては例えばメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブチルアルコール、アミルアルコール、カプロイルアルコール、カプリルアルコール、カブリンアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、アラキルアルコール、ペヘニルアルコール、カルナービルアルコール、セリルアルコール、コリヤニルアルコール、ミリシルアルコール、メリシルアルコール、ラクセリルアルコール、アリルアルコール、クロチルアルコール、2-ブテン-1-オール、2-ペンテン-1-オール、3-ヘキセン-1-オール、2-ヘプテン-1-オール、10-ウンデセン-1-オール、11-ドデセン-1-オール、12-トリデセン-1-オール、オレイルアルコール、エライジルアルコール、リノレイルアルコール、リノレニルアルコール、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、2, 3-ブタンジオール、2-ブテン-1, 4-ジオール、1, 5-ペンタンジオール、2, 4-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、2, 5-ヘキサンジオール、2-メチル-1, 3-ペンタンジオール、2, 4-ヘプタンジオール、2-エチル-1, 3-ヘキサンジオール、2-エチル-2-ブチル-1, 3-プロパンジオール、1, 2-ヘキサデカンジオール、1, 2-オクタデカンジオール、1, 2-エイコサンジオール、1, 2-ドコサンジオール、1, 2-テトラコサンジオール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、ソルビトール等の脂肪族アルコール類が好ましい。炭素数は30以下が好ましく、価数は6以下が好ましい。脂肪酸類と脂肪族アルコール類のいずれかが低級の場合には他方が高級であることが好ましい。

【0010】また、脂肪族ケトンとしては、脂肪族モノケトン類が好ましく、特に一般式(II)で表される脂肪族モノケトン類が好適である。

【0011】

【化2】



【0012】(式中l、mはそれぞれ1~30の整数から選ばれる)

脂肪族ケトンは単一ケトンでも混成ケトンでもよい。本発明に用いられる滑剤は、これらの脂肪酸アミド、脂肪酸エステル、脂肪族ケトンの中、融点50~130℃のものが選ばれ、必要に応じ、2種以上の滑剤を含有させてもよい。融点が50℃より低い場合は耐ブロッキング性が悪くなり、一方、130℃より高い場合は、定着性を改良することができない。好ましくは融点60~110℃の範囲である。また、滑剤はDSC(示差走査型熱量計)測定における吸熱ピークの半値幅が15℃以下であることが好ましい。半値幅が大きい場合はブロッキング性と定着下限温度のバランスが悪くなる。本発明においては、DSC7000(真空理工(株)製)を用いて、昇温速度10℃/minで滑剤の融点を測定した。

【0013】本発明のトナーは、バインダー樹脂と滑剤を有機溶媒中に溶解または分散させる工程を経て、製造されることに特徴を有する。この工程を経て得られるトナー用樹脂組成物(バインダー樹脂および滑剤を主成分として含有してなる組成物。単に樹脂組成物という)を含有するトナーは単にバインダー樹脂と滑剤とを混練して得られるトナーに比し、定着性と耐ブロッキング性に優れている。また、安定性、再現性にもすぐれている。バインダー樹脂と滑剤を有機溶媒中に溶解または分散させる工程は特に限定されるものではない。具体的にはバインダー樹脂と滑剤の両者を溶解又は分散し得る有機溶媒中で攪拌、混合して溶解または分散させた後、例えば蒸留等により溶媒を分離することにより行なわれる。

【0014】使用される有機溶媒としてはバインダー樹脂と滑剤の両者を溶解または分散できるものであれば特に限定されないが、好ましくは留去しやすいものが良い。具体的には、トルエン、キシレン、スチレンなどの炭化水素類；トリクロロエタン、クロルベンゼンなどのハロゲン化炭化水素類；プロパノール、ブタノール、ヘキサノール、ベンジルアルコールなどのアルコール類；フェノール、クレゾール、などのフェノール類；ジオキサン、テトラヒドロフラン、ジエトキシエタン、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールエチルエーテル、プロピレングリコールメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートなどのエーテル類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルブチルケトン、イソホロン、シクロヘキサノンなどのケトン類；酢酸、プロピオン酸などの酸類；酢酸エチル、酢酸ブチル、プロピオン酸メチル、炭酸プロピレンなどのエステル類などが挙げられる。

50 【0015】また、バインダー樹脂と滑剤を溶解した

後、水中または低級アルコールなどバインダー樹脂が溶解しない溶媒に滴下して析出させ、溶媒を分離してもよい。この場合、有機溶媒としては、それら貧溶媒に任意に相溶する溶媒が好ましい。また、バインダー樹脂の重合過程で滑剤を溶解もしくは分散させることもできる。例えば、スチレンモノマー（モノマー溶液）を溶媒と考え、スチレンモノマーにバインダー樹脂と滑剤を溶解または分散し、その後、スチレンモノマーをバルク重合または懸濁重合させて樹脂組成物として用いることもできる。滑剤を溶解したスチレンモノマー中に（メタ）アクリル酸エステルなどのモノマーを加え、共重合させることもできる。また、バインダー樹脂合成の工程で溶液重合を用いる場合は、モノマーを含む溶媒（モノマー溶液）中に上記滑剤を溶解または分散させる方法も好適である。いずれの場合にも滑剤はバインダー樹脂に対し、グラフト化などの反応を起すことはない。特に好適には、バインダー樹脂が溶解している溶液に滑剤を加え、分散または溶解させた後、溶媒を減圧留去し、粗粉砕をして樹脂組成物粒子を得る方法である。

【0016】上記滑剤はバインダー樹脂 100 重量部に対して 0.01～20 重量部の範囲で用いられる。好ましくは、0.1～15 部、特に好ましくは、0.5～10 部である。添加量が少なすぎると、その効果が得られず、多すぎると、耐オフセット性、定着強度が悪くなる。きわめて広範囲にわたる、いわゆる滑剤の中で、上記した特定の滑剤を有機溶媒中でバインダー樹脂中に、充分に混合することにより得られる本発明のトナーは、単にトナー製造の際の混練時に両者を混合するものに比較して、定着性、耐オフセット性、および耐ブロッキング性に優れている。

【0017】本発明のトナーはこの様にして得られた樹脂組成物の他、一般にトナー成分として知られている種々の成分を含有している。他にトナー製造の際、添加され得る物質としては、以下のものが挙げられる。着色剤としては、公知のもの全てが使用でき、たとえば、カーボンブラック、ニグロシン、ベンジジンイエロー、キナクリドン、ローダミン B、フタロシアニンブルーなどがある。

【0018】また、本発明トナーは、乾式 1 成分現像剤及び 2 成分現像剤のいずれにも使用できる。1 成分現像剤に使用される磁性体としては、フェライト、マグネタイト等をはじめとする鉄、コバルト、ニッケル等の強磁性を示す合金、或いは化合物または強磁性元素を含まないが適当に熱処理することによって強磁性を示すようになる合金、例えば、マンガン-銅-アルミニウムあるいはマンガン-銅-スズ等のマンガンを銅とを含むホイスラー合金と呼ばれる種類の合金、または二酸化クロム等を挙げることが出来る。磁性体は、平均粒径 0.3～30  $\mu\text{m}$  の微粉末の形でバインダー樹脂中に均一に分散される。磁性体粒子の含有量は、バインダー樹脂 100 重

量部当たり 20～70 重量部、中でも特に 40～70 重量部が望ましい。

【0019】トナーの帯電制御は、バインダー樹脂、着色剤自体で行っても良いが、必要に応じて帯電制御剤を併用しても良い。正帯電性制御剤として、4 級アンモニウム塩、塩基性・電子供与性の有機物質、負帯電性制御剤として、金属キレート類、含金染料、酸性もしくは電子求引性の有機物質等を用いることができる。この他、金属酸化物等の無機粒子や前記有機物質で表面処理した無機物質を用いても良い。これら帯電制御剤は、バインダー樹脂中に混合添加して用いても、トナー粒子表面に付着させた形で用いても良い。帯電制御剤の添加量はバインダー樹脂の帯電性、着色剤の添加量・分散方法を含めた製造方法、その他の添加剤の帯電性等の条件を考慮した上で決めることができるが、バインダー樹脂 100 重量部に対して 0.1～10 重量部が適当である。

【0020】さらにまた、固体電解質、高分子電解質、電荷移動錯体、酸化スズ等の金属酸化物等の導電体、半導体、あるいは強誘電体、磁性体等を添加しトナーの電気的性質を制御することができる。この他、トナー中には熱特性・物理特性等を調整する目的で低分子量ポリアルキレン等の各種可塑剤・離型剤等の助剤を添加することも可能である。その添加量は、バインダー樹脂 100 重量部に対し 0.1～10 重量部が適当である。

【0021】さらに、トナー粒子にたいして、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$  等の微粉末を添加し、これらでトナー粒子表面を被覆せしめることによってトナーの流動性・耐凝集性の向上を図ることができる。その添加量は、バインダー樹脂 100 重量部に対し 0.1～10 重量部が好ましい。本発明のトナーの製造方法には、従来から用いられている各種トナー製造方法が適用できるが、例えば一般的製造方法として次の例が挙げられる。まず、樹脂組成物、着色剤、場合により帯電制御剤等をボールミル、V 型混合機、S 型混合機、ヘンシェルミキサー等で均一に分散する。次いで分散物を双腕ニーダー、加圧ニーダ等で熔融混練する。該混合物をハンマーミル、ジェットミル、ボールミル等の粉碎機で粉砕し、さらに得られた粉体を風力分級機等で分級する。粒径は通常 5～20  $\mu\text{m}$  である。得られたトナーは、磁性体を含まない場合は、キャリアと混合して電子写真用現像剤を形成させ、従来から実施されている電子写真法による複写に用いることができる。なお、キャリアは、公知の鉄粉系、フェライト系キャリア等の磁性物質またはそれらの表面にコーティングを施したものをトナー 1 重量部に対して 10～100 重量部用いることが好ましい。

【0022】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例について説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、実施例中の「部」は「重量部」を表す。

## 実施例 1

非架橋タイプのスチレン／*n*-ブチルアクリレート樹脂 100部、ステアリン酸アミド（融点109℃）5部、テトラヒドロフラン1000部を混合溶解後、水500部中に滴下した。析出したポリマーを50℃で真空乾燥することにより、水とテトラヒドロフランを除去した。上記方法で得られた樹脂組成物100部、ポリアルキレンワックス（三洋化成（株）製ビスコール550P）3部、カーボンブラック（三菱化学（株）製＃30）6部、及びニグロシン染料（オリエント化学製ボントロンN-04）2部を分散混合した後、二軸抽出機を用いて熔融混練した。冷却後、ハンマーミルで粗粉碎し、次いで超音速ジェットミル粉碎機にて微粉碎した。得られた粉体を風力分級機で分級し、平均粒径10.3 μmのトナーAを得た。このトナーを用いて以下のテストを行ない、結果を表1に示した。

定着テスト：未定着のトナーを400mm/secの定着ローラーに通紙し、定着する下限温度とホットホフセットが発生する温度を調べた。

耐ブロッキングテスト：トナーに一定荷重を加え、50℃の環境下に5時間放置した後のブロッキング性の良否を判定した。

## 【0023】実施例 2

ステアリン酸アミドに代えて、ベヘン酸ペヘニル（融点76℃）5部を用いた以外は実施例1と同様にトナーを製造し評価した。結果を表1に示す。

## 実施例 3

ステアリン酸アミドに代えて、日本油脂（株）製ユニスターH476（ネオペンチルポリオールの脂肪酸部分エステル）（融点63℃）5部を用いた以外は実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 【0024】実施例 4

ステアリン酸アミドに代えて、日本油脂（株）製ユニスターM-2222SL（1価長鎖脂肪酸エステル）（融点76℃）を用いた以外は実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 実施例 5

非架橋タイプのスチレン／*n*-ブチルアクリレート樹脂 100部、ベヘン酸ペヘニル5部を酢酸エチル1000部に溶解後酢酸エチルを減圧留去した。得られた樹脂組成物を粗粉碎したもの100部を用い、実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 【0025】実施例 6

スチレン50部、キシレン140部、ベンゾイルパーオキサイド2.5gを均一に溶解後、80℃で3時間加熱して重量平均分子量7000のポリマー溶液を得た。ここに重量平均分子量50万のポリスチレン16.7部、ベヘン酸ペヘニル3部を加え溶解後190℃まで加熱してキシレン等を留去した。得られた樹脂組成物を粗粉碎したもの100部を用い、実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 【0026】比較例 1

ステアリン酸アミドを加えなかった以外は実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 比較例 2

非架橋タイプのスチレン／*n*-ブチルアクリレート樹脂 100部、ユニスターH476 5部、ポリアルキレンワックス（三洋化成（株）製ビスコール550P）3部、カーボンブラック（三菱化学（株）製＃30）6部、ニグロシン染料（オリエント化学製ボントロンN-04）2部を分散混合した後、二軸押出機を用いて熔融混練した。冷却後、実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 【0027】実施例 7

ステアリン酸アミドに代えて、ジステアリルケトン（融点88℃）5部を用いた以外は実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 実施例 8

ステアリン酸アミドに代えて、セバシン酸ジステアリル（融点71℃）5部を用いた以外は実施例1と同様にトナーを製造し評価した。

## 【0028】

## 【表 1】

表 1

	滑 剤	吸熱ピーク半値幅	滑剤添加法	定 着 性		耐ブ ロッ キン グ性
				定着 下限 温度	ホットオフ セット発生 温度	
実施例 1	ステアリン酸 アミド	6	溶解、水析出、 乾燥	145℃	220℃以上	○
# 2	ベヘン酸 ベヘニル	7	同 上	140℃	同 上	○
# 3	ユニスター H476	7	同 上	145℃	同 上	○
# 4	ユニスター M-222SL	7	同 上	140℃	同 上	○
# 5	ベヘン酸 ベヘニル	7	溶解、溶媒留去	140℃	同 上	○
# 6	同 上	7	合成中に溶媒に 溶解	140℃	同 上	○
比較例 1	な し	—	—	160℃	同 上	○
# 2	ユニスター H476	7	混練時に添加	150℃	同 上	×
実施例 7	ジステアリル ケトン	6	溶解、水析出、 乾燥	140℃	同 上	○
# 8	セバシン酸 ジステアリル	6	同 上	140℃	同 上	○

耐ブロッキング性評価規準は以下の通りである。

○ … 固結が見られない。

× … 固結が見られる。

【0029】

耐オフセット性、および耐ブロッキング性に優れたトナ

【発明の効果】以上説明した本発明によれば、定着性、 30 ーが得られる。